

PN=H08-200525

PUB. NO.: 08-200525 [JP 8200525 A]

PUBLISHED: August 06, 1996 (19960806)

INVENTOR(s): SAITO AKIRA

MATSUOKA TORU

ONO HIROFUMI

APPLICANT(s): HITACHI METALS LTD [000508] (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)

RINTETSUKU KK [000000] (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)

APPL. NO.: 07-013242 [JP 9513242]

FILED: January 31, 1995 (19950131)

ABSTRACT

PURPOSE: To improve the evaporating efficiency and to improve the sealability to prevent the leakage by realizing the abutting and the separation by keeping the smooth seal surface of a diaphragm approximately parallel to the smooth seal surface of a valve seat through application and release of the load of a driving means.

CONSTITUTION: In a valve for a liquid raw material evaporator, a liquid raw material discharge port 17 is provided on a metallic valve seat part 71 which is sufficiently large for the diameter and of mirror smooth sealing surface 70. A metallic thin diaphragm 6 which is larger than the smooth sealing surface 70 of the valve seat part 71, provided with a mirror smooth sealing surface 60 to realize the direct abutting and the separation to this smooth sealing surface 70 at the center and an elastic deformation part 61 on the outer side thereof, and provided with the peripheral edge part being sealed and held is arranged opposite to the valve seat part 71. Abutting and separation are realized by keeping the smooth seal surface 60 of the diaphragm 6 approximately parallel to the smooth sealing surface of the valve seat part 71 through the application and release of the load of a driving means.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-200525

(43) 公開日 平成8年(1996)8月6日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
F 1 6 K 7/14	Z			
H 0 1 L 21/02	Z			

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平7-13242

(22) 出願日 平成7年(1995)1月31日

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(71) 出願人 390014409

株式会社リンテック

滋賀県野洲郡中主町大字乙種字澤588番1

(72) 発明者 斎藤 彰

三重県桑名市大福2番地日立金属株式会社
桑名工場内

(72) 発明者 松岡 亨

三重県桑名市大福2番地日立金属株式会社
桑名工場内

(74) 代理人 弁理士 大場 充

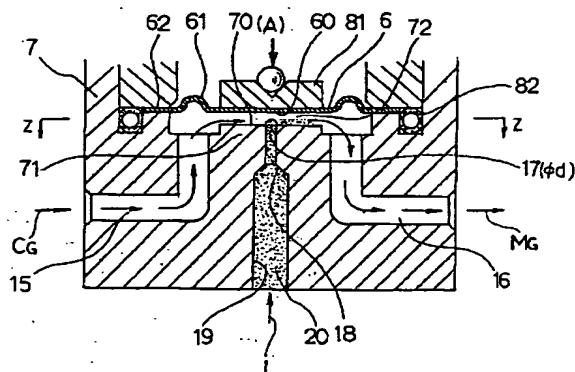
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液体原料気化器用弁

(57) 【要約】

【目的】 液体原料用気化供給装置に適した気化効率と漏れ止め性能を改善した気化用開閉弁を提供すること。

【構成】 液体原料流出口20と、キャリアガス流入路15と、混合ガス流出口16と、前記液体原料流出口の先端にある露出口17を開閉するダイヤフラムと、このダイヤフラムの駆動手段とを有する液体原料気化器用弁において、前記液体原料露出口17は、その径に対して充分に広く鏡面の平滑シール面70となした金属製弁座部71に設け、前記弁座の平滑シール面70よりも大きく、この平滑シール面70に対し直接当接と離間をする鏡面の平滑シール面60を中央部に、その外側に弾性変形部61をそれぞれ有し、周縁部62が密封挾着されてなる金属製薄板ダイヤフラム6を前記弁座部に対向配置し、前記駆動手段の負荷の印加と解除によって前記弁座の平滑シール面70に対してダイヤフラムの平滑シール面60が略平行を保って当接と離間をする液体原料気化器用弁である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 液体原料流出路と、キャリアガス流入路と、混合ガス流出路と、前記液体原料流出路の先端にある露出口を開閉するダイヤフラムと、このダイヤフラムの駆動手段とを有する液体原料気化器用弁において、前記液体原料露出口は、その径に対して十分に広く鏡面の平滑シール面となした金属製弁座部に設け、前記弁座の平滑シール面よりも大きく、この平滑シール面に対し直接当接と離間をする鏡面の平滑シール面を中央部に、その外側に弾性変形部をそれぞれ有し、周縁部が密封挾着されてなる金属製薄板ダイヤフラムを前記弁座部に対向配置し、前記駆動手段の負荷の印加と解除によって前記弁座の平滑シール面に対してダイヤフラムの平滑シール面が略平行を保って当接と離間をすることを特徴とする液体原料気化器用弁。

【請求項2】 前記液体原料露出口の口径 d を $0.2\sim 3.0$ mmとしたとき、前記平滑シール面の面積 A を $4.0\sim 8.0$ mm²としたことを特徴とする請求項1記載の液体原料気化器用弁。

【請求項3】 前記液体原料露出口の下部にこの露出口よりも大径の液溜り孔部を形成したことを特徴とする請求項1または2記載の液体原料気化器用弁。

【請求項4】 前記弁座部は弁本体と別体に形成されていることを特徴とする請求項1乃至3記載の液体原料気化器用弁。

【請求項5】 前記駆動手段は積層圧電素子体を用いたアクチュエータであることを特徴とする請求項1乃至4記載の液体原料気化器用弁。

【請求項6】 前記駆動手段は空圧シリンダを用いたアクチュエータであることを特徴とする請求項1乃至4記載の液体原料気化器用弁。

【請求項7】 前記駆動手段はソレノイドを用いたアクチュエータであることを特徴とする請求項1乃至4記載の液体原料気化器用弁。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、半導体製造のCVDプロセス等において液体原料を流量制御し、これをそのまま気化してCVD反応炉などに供給できるようにした液体原料用気化器に関し、特にこれに用いる気化器用弁の改良に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、特開平3-183779号公報や特開平4-14114号公報で開示された液体原料用気化供給装置（以下気化器という。）がある。この気化器は図5及び図6に示す構成からなっており、その概略は内部を流れる液体原料の質量流量を測定するセンサ管1と、センサ管1内を流れる液体原料に比例した液体原料を流し垂直方向に設けられたバイパス管2と、バイパス管2の出口通路12に設けられたバイパス開閉弁3と、バイパス管2

の出口通路12とセンサ管1の出口通路11とが合流する合流通路13に設けられた流量制御弁4と、流量制御弁4から続く液体露出口14を開閉する気化器用開閉弁5とからなっている。またこの気化器用開閉弁5は、前記流体露出口14から滲み出るように露出する液体原料をキャリアガスCGを吹き付けて気化させる気化室51と、N₂などのキャリアガスを吹き込むキャリアガス流入路15と、気化した原料ガスとキャリアガスが混じった混合ガスMGを流出させる混合ガス流出路16を、また液体露出口14を開閉する金属ダイヤフラム50とその開閉駆動部52とを備えている。

【0003】従って、液体原料Lがこの気化器に供給されると「1」の質量流量がセンサ管1に流れ、その「N」倍の質量流量がバイパス管2に流れる。「N+1」倍となった液体原料Lは図示せぬ制御回路によって所定の流量L'になるように流量制御弁4で調節される。その後、この所定量の液体原料L'を露出口から微量ずつ連続して露出させると共に、これに加熱したキャリアガスを吹き付けて所定量の原料を全て蒸発気化させて、所定濃度の混合ガスMGを反応炉に供給するというものである。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】ところで上記気化器用開閉弁は液体原料L'が気化しやすいようにそれ自身を、またその周辺を $150\sim 200^{\circ}\text{C}$ 程度まで加熱した恒温状態で使用する。従来、この分野で開閉弁というとメタルダイヤフラム弁（特公平4-54104号参照）がある。メタルダイヤフラム弁はパーティクルやデットスペースの問題がないので、ここでも望ましいものであるが上記した温度の制約があるのでシール性の良い樹脂シートタイプを使うことができない。しかも部分球殻の球面を弁座に押し付ける構造なのでシート面が安定せず、締め切り時のシール性が悪いという問題がある。

【0005】一方、このような開閉弁に用いられる金属ダイヤフラムは上方に若干ふくらんだ所謂部分球殻形状とすることによって自己の復元力で元に戻るような自己復元力をもたせている。従って、図6に示すように液体原料の気化が進行しているとき、ダイヤフラムは液体露出口14の上方にふくらんだ状態で保持される。その結果、気化制御室51（具体的には露出口辺りとダイヤフラムが作る隙間部分）の空間が一定なものでなくなる。即ちキャリアガスCGの吹き込み口51Iで一担挾められた後、急に膨張すると共に液体露出口14付近に吹き込み、このとき液体原料は圧力低下と共に気化する。しかし、その後また51O付近で空間が挟められるのでここで収縮して再液化する可能性がある。このように気化制御室51の空間が変化するから、流動変動を起しこれが炉内反応圧力の変動となって現れる。これらの流量や圧力変動は半導体成膜に悪影響を与えるという問題がある。

【0006】本発明は、このような問題を解決するもの

で気化効率が向上すると共に漏れ止めシール性能も良い液体原料気化器用弁を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、液体原料流出路と、キャリアガス流入路と、混合ガス流出路と、前記液体原料流出路の先端にある露出口を開閉するダイヤフラムと、このダイヤフラムの駆動手段とを有する液体原料気化器用弁において、前記液体原料露出口は、その径に対して十分に広く鏡面の平滑シール面となした金属製弁座部に設け、前記弁座の平滑シール面よりも大きく、この平滑シール面に対し直接当接と離間をする鏡面の平滑シール面を中央部に、その外側に弾性変形部をそれぞれ有し、周縁部が密封挾着されてなる金属製薄板ダイヤフラムを前記弁座部に対向配置し、前記駆動手段の負荷の印加と解除によって前記弁座の平滑シール面に対してダイヤフラムの平滑シール面が略平行を保って当接と離間をする液体原料気化器用弁である。

【0008】また、液体原料露出口の口径を0.2~3.0mmとしたとき、前記平滑シール面の面積は4.0~8.0mm²とすることが望ましい。液体原料を微量かつ連続的に露出させるには口径0.3~2.0mmがさらに望ましく、このとき弁座の平滑シール面は口径よりも十分広いことが気化を効率的に進行させるのに効果がある。しかし広すぎるとより高いシール面圧を必要とする（駆動手段が大型化する）ので平滑シール面の面積は5.0~7.0mm²程度とすることによってシール性能の面でも良い結果を得られるので望ましい。平滑シール面の表面あらさは、弁座側とダイヤフラム側と共にR_{max}0.4ミクロン以下の鏡面が好ましく、ダイヤフラムの平滑シール面の方が弁座のシール面より大きい方が気化が安定して望ましい。

【0009】また、弁座を弁本体と別体とすることもでき、この場合液体原料露出口の下部にこの露出口よりも大口径の液溜り孔部を連続して容易に加工形成できるので都合が良い。

【0010】また、駆動手段は空気圧作動のシリンダ機構を用いた空圧シリンダ型アクチュエータとしても良い。この場合の気化器用弁は、閉弁か開弁かの二位置しかもたない所謂開閉弁として機能させるものであるから、この開閉弁の他に液体原料の流量制御を行う流量制御弁を露出口流路の手前に対向して設けることが必要である。一方、駆動手段を積層型圧電素子体を用いた圧電アクチュエータとしても良く、この場合圧電素子は微小変位して、かつ制御性が良いので流量制御弁として兼用にすることが可能である。さらに、駆動手段をソレノイドを用いたソレノイドアクチュエータとすることもできる。

【0011】また、金属製ダイヤフラムは、それ自身Co基合金またはNi-Co合金からなる高弾性、高耐食性材を用い、その上で外側に半円環や波形などの弾性変形部を一体成形して自己弾性復元力を付与させている。

【0012】

【作用】先ず開弁時、ダイヤフラムの平滑シール面が弁座の平滑シール面に対して略平行面を保って離間すると一定幅の気化制御室空間を形成する。この空間に液体原料露出口より微量量しみ出るように液体原料が露出する。一方でキャリアガスは気化制御室に流入し、液体原料に接触し吹き付けるから蒸発気化して混合ガス化し流出口へ運び去られる。このときの圧力低下と同時に次々に液体原料が微量ずつかつ連続的に露出して蒸発気化され、この気化供給作用が繰り返される。ここで、弁座側の平滑シール面は、微小径の液体原料露出口に対して十分に広く平滑な面が延びているので、面上にしみ出た液体原料は、平滑平面に広く拡がって次々に蒸発気化が起り100%達成できる。そして、このときの気化制御室空間は上下平面が対向する一定空間で、しかもダイヤフラム平面の方が弁座平面より広く延びていることから、キャリアガスが膨張したり収縮したりという圧力変化が起こりにくい。以上のことより安定的な気化が促進され気化効率が向上する。

【0013】また、液体原料露出口は微小孔であるがその下部に比較的大径の液溜り孔部分を形成しているので、この段違いとなった障壁部分で一旦液体原料は停留し、泡立ちや内部気泡の解消など沈静化に役立ち、その後液体原料を一定量ずつ連続的に露出させることができる。

【0014】一方閉弁時、金属ダイヤフラムは弾性変形部を有しているから中央部の平滑シール面は平行を保って移動し、そのまま弁座の平滑シール面に当接し押圧シールされる。これらの平滑シール面は鏡面となされ、かつ密着されるから良好な漏れ止め性能が得られる。尚、弁座の平滑シール面の面積は、上記した気化効率の利点を損なうことなく、シール性能の面でも支障がないような範囲を選定することによってより安定したシール性能を得ることが可能となる。

【0015】さらに、弁座側とダイヤフラム側の平滑シール面が平行平面を保って移動できるということで、流量制御がしやすいという利点がある。特に積層圧電素子体を用いたアクチュエータとすると、積層圧電素子体は変位は小さいが発生力は大きいという特長から、ミクロンオーダーの変位制御がフィードバック制御できるので、流量センサーと連動して流量調節ができる。一方発生力が大きいので締切り時の押圧力が増しシール性が良くなる。以上により開閉弁と流量制御弁を兼用し、全体構造を簡略することができる。

【0016】

【実施例】以下、本発明の実施例を図面を参照して説明する。図1は、本発明の液体原料気化器用弁の一実施例を示す要部断面図で、図2は図1のZ-Z断面図である。図1の弁本体7は三方混合弁の構成となっており、He等のキャリアガスCG及び/又はO₂等の反応ガス

を導入するキャリアガス流入路15と、液体原料とキャリアガス、反応ガスがガス化して混合した混合ガスMGとなつて流出する混合ガス流出路16と、TEOS等の液体原料が流れ出る液体原料流出路20とが形成されている。ここで、液体原料流出路20は、上部の露出口17と、この露出口17からテーパ状の障壁18を介して形成したより大径の液溜り孔19とからなっている。弁本体7の中央部には弁座71が一体成形され、この中心部に上記液体原料露出口17が開口している。弁座71の上面はRmax0.4ミクロン程度に鏡面仕上げされた平滑シール面70が露出口17よりも十分に広い面積を有して広がっている。例えば露出口径φd0.3mmに対して平滑シール面積Aは約6mm²である。

【0017】金属製ダイヤフラム6は、Co基合金またはNi-Co基合金などの高弾性（弾性限160Kgf/mm²以上）高耐食性材からなる薄板円板状であり、その中央部に上記弁座側の平滑シール面70よりも大きな平滑シール面60が、その外周側に半円環状の弾性変形部61が一体成形され、周縁部62は弁本体7に対して密封的に挟着固定され、よつて弁座側の平滑シール面70に対して略平行平面をもつて対向配置されている。平滑シール面60は弁座側と同様Rmax0.4ミクロン程度の鏡面仕上げがなされており、弾性変形部61の形状は山形や波形でもよく複数個集合したものでも良い。またダイヤフラムは複数枚重ねたものを用いても良い。81はダイヤフラム押えで球体を介して上部の駆動手段からの力を受けてダイヤフラムを押圧するようになっている。82は金リングなどの密封シール部材である。

【0018】次に、この弁の作動について説明する。本発明の気化器用弁は例えば上述した図5の開閉弁5に代えて取付け使用するもので、気化器の一構成部品と考えれば良い。しかし、気化器本体は図5に示すものに限定されるものではないし、直接本発明とは関係ないので説明は省略する。

【0019】先ず液体原料Lが液体原料流出路20を通じて上昇すると、その途中の障壁18部分で流路は急激に狭められるから一担ここで停留し、内部の気泡などはこの障壁部分にとどまり、液体原料のみが露出口17から露出し、気化制御室72を構成する平滑シール面70上に滲み出て広がる。この時、加熱されたキャリアガスやこれに必要なに応じて混入した反応ガスが気化制御室72内に流入して液体原料に接触し、また吹き付けるから液体は蒸発気化し、これと共に互いに混合して混合ガスMGとなつて流出路16へ流れ出て行く。以下、キャリアガス吹き込みによる圧力低下と蒸発気化現象がほぼ同時に起るから、液体原料は微量ずつかつ連続的に滲み出て平滑シール面70上に広がって蒸発気化を繰り返す。キャリアガスは加熱されているし、弁回りの雰囲気も加熱状態にあるのでこれ自体気化を助けるが、平滑シール面70が露出口17に対して十分に大きく広がっているの、液体原料は露出

口17より図2に示すように四方八方に露出しても平滑シール面上に拡がり連続的かつ迅速に蒸発気化が促進される。さらに気化制御室72は、平行な平滑シール面60、70で囲まれているから一定空間となりキャリアガスの流れに膨張や収縮の変化がないから流量や圧力変動もなくて安定的に混合ガスを供給することができる。

【0020】気化を止める時、即ち閉弁時は駆動手段からの力を受けてダイヤフラム6を弁座71側に移動させている。このとき弾性変形部61の弾性伸びによつてダイヤフラムは平行移動し、最後は弁座の平滑シール面70とダイヤフラムの平滑シール面60が平行平面を保つて密着して締め切りシールされる。

【0021】図3は本発明の他の実施例を示す要部断面図である。尚、上記実施例と同等の働きをなす構成には同一符号を付している。この例は駆動手段として空圧シリンダアクチュエータ8を用いて開または閉作動させる開閉弁80としたものである。液体原料の流量制御手段は液体原料口流出路20に対向配置した流量制御弁40によつて行うようになり、流量制御弁と気化開閉弁をそれぞれ独立して設けたものである。空圧シリンダアクチュエータ8の作動は、図のような閉弁状態から空気口83より流入した空気圧をシリンダ室84に導入し、スプリング85の力に抗してピストン86を上昇させ同時にステム87も上昇させる。すると金属ダイヤフラム63は自己の弾性復元力によつてダイヤフラム押え81と共に上昇し開弁状態となる。その後の気化現象については上記した例と同様であるので省略するが、ただ液体原料Lは図示せぬ導入口から原料流出路20と金属ダイヤフラム64との間に流入し、一端に配置した流量制御弁40によつて予め所定流量L'に制御されながら送り出されるようになっている。流量制御弁40は例えば積層圧電素子体41を利用したもので圧電素子は印加する電圧によつて積層体の伸びと発生力に変化する。このときの発生力によつて弁棒42を上下動せしめこれに連動して金属ダイヤフラム64の移動量を調節し、流量を制御している。

【0022】金属ダイヤフラム64は開閉弁80側の金属ダイヤフラム6と同様のものを用いてもよい。例えば重量%でNi13~18%、Cr18~23%、Mo5~9%、Co38~44%、残部Feおよび不純物からなるコバルト基合金とか、Ni30~35%、Cr17~23%、Mo8~12%、残部CoおよびNb0.1~3%、Co.03%以下などの不純物からなるニッケルコバルト合金等があげられる。

【0023】次に閉弁動作は、空気口83より空気圧を排出することによつてピストン86並びにステム87をスプリング力によつて下降させダイヤフラム押え81を介して金属ダイヤフラム63を弁座73の平滑シール面に押し付けて締め切りシールするようにしている。ここで弁座73は弁本体79とは別体に設け、嵌着手段などにより本体開口部に取付けたものである。別体とすることによつて微小径孔である露出口74の加工が容易になるし、孔径の変更や

共通部品化などの管理面でも有利となる。

【0024】図4は本発明の更に他の実施例を示し、駆動手段として積層圧電素子体を用いたアクチュエータ9としたものである。上記実施例と同等の働きをなす構成については同一符号を付す。この例では積層圧電アクチュエータ9を用いることによって、例えば上記した例の開閉弁80と流量制御弁40の機能を兼用した弁90することができる。積層圧電アクチュエータ9の作動は、先ず図は全開状態を示し電圧印加時を示している。従って、通常はスプリング95の力によって上下動自在に置かれた弁棒97は下方に押されボールとダイヤフラム押え81を介して金属ダイヤフラム65を弁座71に押し付け閉弁状態としている。積層圧電素子体91は弁棒内部において下端側はボール等を介してブリッジ部材92上に載置され、上端側は調節ねじ部材93によって係止されている。ブリッジ部材92は紙面に対向する方向に延びて貫通し固定部材94上に置かれ固定されている。従って、圧電素子体91に電圧を印加すると素子は伸長するが、下方側は上記ブリッジ部材92で拘束されているから、その伸長力はスプリング95の力に抗して弁棒97と共に上方に引き上げる力に変換される。こうやって弁棒97が上昇するとこれに追従して金属ダイヤフラム65の自己の復元弾性力によってこれも上方に移動し図のような開弁状態となる。

【0025】流量調節は圧電素子体への印加電圧を調節することによって素子91の伸び量ひいては弁棒97の移動量を制御することによって実施している。気化過程については上述してきた実施例と同様であるので説明は省略するが、本例のように積層圧電アクチュエータを用いると気化器側の流量センサと連絡してフィードバック制御をした微小量流量制御が可能となるし、発生力も大きいので開閉弁としての締切りシール性能も良いものが得られて構造の簡素化などにも効果がある。

【0026】

【発明の効果】以上のように本発明は、液体原料露出口の口径に対して十分に広く平滑なシール面を設けたので、液体原料が完全かつ迅速に気化することができる。また気化制御室空間が上下平面で規制された一定空間としたから、終始安定的に気化が促進され、流量変動や圧力変動が起らない。よって気化効率が向上した。さらに、鏡面仕上げした平滑シール面同士が平行を保って押圧され密着するので漏れ止めシール性能も良好となった。以上によって気化効率が向上すると共に漏れ止めシール性能も良い液体原料気化器用弁を提供することができた。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の液体原料気化器用弁の一実施例を示す弁本体要部の断面図である。

【図2】 図1のZ-Z断面図である。

【図3】 本発明の他の実施例を示し、空圧シリンダアクチュエータを用いた気化器用弁の断面図である。

【図4】 本発明の更に他の実施例を示し、積層圧電アクチュエータを用いた気化器用弁の断面図である。

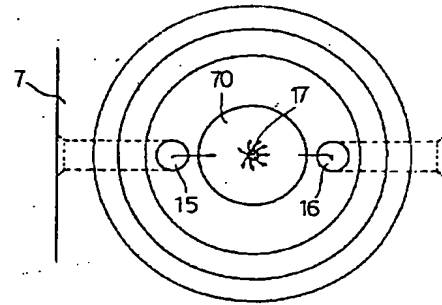
【図5】 従来の液体原料気化器の一例を示す断面図である。

【図6】 従来の液体原料気化器に用いられた開閉弁の断面図である。

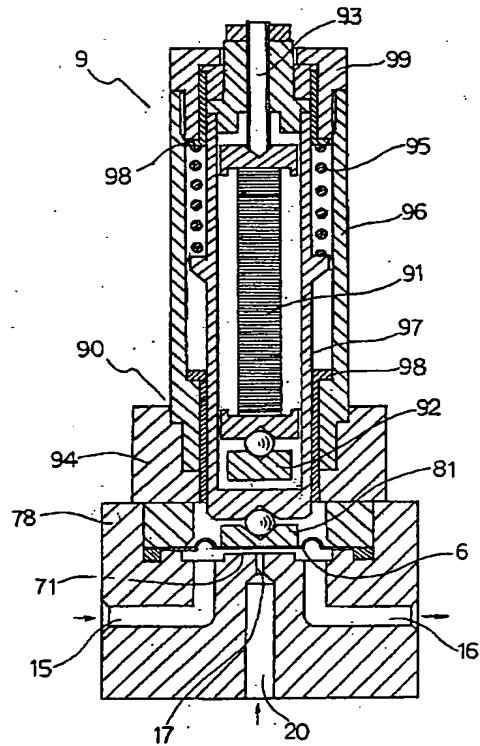
【符号の説明】

1…流量センサ	2…バイパス流路
3…バイパス開閉弁	4, 40…流量制御弁
5…開閉弁	6, 64…金属ダイヤフラム
7…弁本体	8…空圧シリンダ
9…積層圧電アクチュエータ	15…キャリアガス流入口
16…混合ガス流出口	17, 74…液体原料露出口
18…テーパー障壁	19, 75…液溜り孔
20…液体原料口	41, 91…積層圧電素子体
60…ダイヤフラムの平滑シール面	61…弾性変形部
62…周縁挟着部	70…弁座の平滑シール面
71…弁座部	72…気化制御室
73…弁座体	81…ダイヤフラム押え
82…密封部材	83…空圧導入・排出口
84…シリンダ室	85, 95…スプリング
86…ピストン	87…ステム
88…アクチュエータ取付台	92…ブリッジ部材
93…調節ねじ部材	94…固定部材
96…外筒部材	97…弁棒
98…軸受部材	99…ふた部材

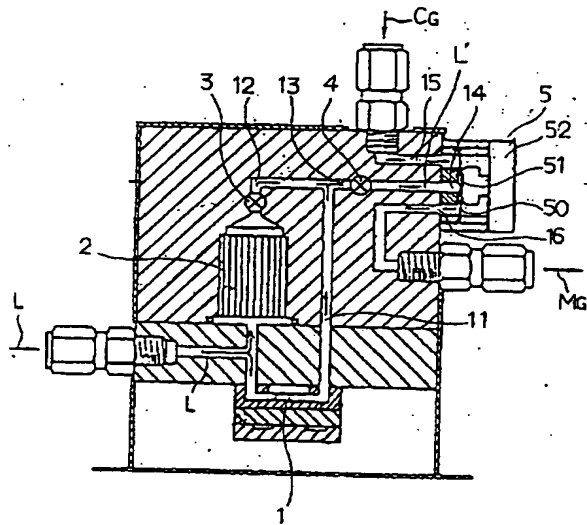
【圖2】



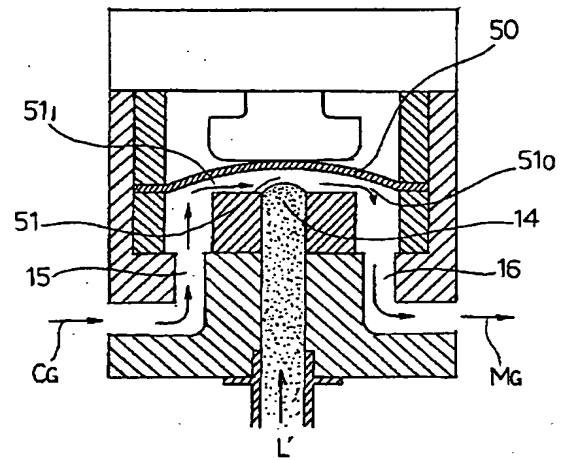
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 小野 弘文
 滋賀県野洲郡中主町乙窪588-1 株式会
 社リンテック内